

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-293846

(P2000-293846A)

(43)公開日 平成12年10月20日 (2000.10.20)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

G 11 B 5/84  
C 03 C 21/00

識別記号

1 0 1

F I

G 11 B 5/84  
C 03 C 21/00

テ-マコト<sup>8</sup> (参考)

Z 4 G 0 5 9  
1 0 1 5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平11-97398

(22)出願日 平成11年4月5日 (1999.4.5)

(71)出願人 000198477

石塚硝子株式会社

愛知県名古屋市昭和区高辻町11番15号

(72)発明者 内垣 友好

愛知県名古屋市昭和区高辻町11番15号 石

塚硝子株式会社内

Fターム(参考) 4C059 AA09 AC16 AC18 BB04 BB12

HB03 HB13 HB14 HB15 HB17

HB23

5D112 AA02 AA24 BA03 CA28 GA30

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法

(57)【要約】

【課題】情報記録媒体用ガラス基板の製造方法において、化学強化処理と脱アルカリ処理を同時に行うことにより、作業性の効率アップ、低コスト化、高生産性を実現し、その方法によって作成される情報記録媒体用ガラス基板を提供することを課題としている。

【解決手段】ガラス基板の化学強化処理において、従来からの強化塩に更に金属の硝酸塩を添加することにより、ガラス基板の化学強化処理と脱アルカリ処理を1段階の処理で行うことを特徴とし、強化用塩浴の重量に対して数重量%の金属の硝酸塩、例えば硝酸銀を添加することにより、連続的に化学強化処理と脱アルカリ処理が同時に行うことが可能となった。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】情報記録媒体用ガラス基板の化学強化処理において、イオン交換による化学強化処理するため、強化塩浴に金属の硝酸塩を添加し、基板を該強化塩浴に浸漬することで化学強化と脱アルカリ処理が同時に行われることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板製造方法。

【請求項2】情報記録媒体用ガラス基板の化学強化処理において、イオン交換による化学強化処理するため、強化塩浴に金属の硝酸塩を添加し、基板を該強化塩浴に浸漬することで化学強化と脱アルカリ処理を同時にを行うことにより製造される情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項3】請求項1の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法において、特にガラス中のアルカリイオンのイオン半径よりも大きく、強化塩浴中の各イオンのイオン半径よりも小さいイオン半径を持つ金属の硝酸塩を強化塩浴中に0.1～10重量%添加した強化、脱アルカリ塩浴。

【請求項4】請求項3の強化、脱アルカリ塩浴を用いて製造される情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項5】請求項3の強化、脱アルカリ塩浴中に、特に硝酸銀を添加した強化、脱アルカリ塩浴。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は情報記録媒体用ガラス基板の製造方法、並びにこのガラス基板を用いた情報記録媒体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、情報記録媒体用基板は、アルミニウム基板やカーボン製基板及びポリカーボネート基板などにより提供されてきたが、近年情報量増大化に伴い、表面平滑性が優れることからガラス製基板が注目されている。研磨技術の発展によりガラス製基板の表面平滑性はガラスに結晶粒界がないため、理論的には原子レベルまで表面粗さを低下させることが可能である。また、ディスク基板の平坦度の低下により、読み取り用磁気ヘッドの浮上高さを低下させることができると、単位面積当たりの記憶密度は上昇し、記憶容量の増加に繋がっている。このようにガラス製ディスク基板は注目されているが、基板用ガラスの製造工程におけるハンドリング時の衝撃等で破損しやすいという欠点があり、通常イオン交換による強化処理が施される。

【0003】しかし、ここで問題となるのはガラス基板の化学強化処理後の基板表面に強化層のアルカリ金属、特にカリウム原子、またはナトリウム原子のリッチな層がディスク主表面に現れることである。この層からアルカリ金属イオンのマイグレーションにより、ディスクの保存状態や、その後の情報記録媒体成膜後の経時変化としてディスク端部、主表面にアルカリ金属の炭酸塩や塩化物が析出することで、読み取り誤作動を引き起こす危

険性がある。また、アルカリ金属が金属合金の記録媒体と反応して、装置の誤作動を引き起こすことも考えられる。

【0004】このため、ガラス基板表面をイオン交換処理した後、溶出し易い最表面層のアルカリ金属イオンを除去し、耐化学性を上げるための脱アルカリ処理やアルカリ金属イオンの封止対策が行われている。例えば、特許公開番号、特開平10-226539に示される製造方法のように、加熱した濃硫酸と接触させる方法のように酸、特に強酸を用いる方法がある。また特許公開番号、特開平8-180402に示される製造方法のように、80～100℃の温水中に、イオン交換処理後のガラス基板を2～10時間程度浸漬処理することで脱アルカリ金属イオン処理する温水処理方法もあり、この場合更に、脱アルカリ金属イオン処理後ガラス基板の最表面層に対して2価金属イオンの注入処理をして、アルカリ金属イオンの封止対策が加えられている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、これらの脱アルカリ金属イオン処理では、熱濃硫酸（例えば、100℃超で濃度9.6%以上の熱濃硫酸）等の強酸を使用することの取扱い上の危険性や、温水処理では少なくとも2時間以上の浸漬時間が必要であり、また処理効果が少ないとため後処理として2価金属イオンの注入処理が必要である。また、これら従来から行われている脱アルカリ処理は、化学強化処理後に脱アルカリ処理を行っており、化学強化と脱アルカリの2工程で行われており、さらに、強化塩の脱アルカリ処理槽への持ち込みを避けるため強化、洗浄、脱アルカリ処理という工程を組まざるを得ず、コストアップにもなっている。

【0006】本発明は、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法において、化学強化処理と脱アルカリ処理を同時にを行うことにより、作業性の効率アップ、低コスト化、高生産性を実現する情報記録媒体用ガラス基板の化学強化処理方法と脱アルカリ処理方法、その方法によって作成される情報記録媒体用ガラス基板を提供することを課題としている。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の課題について鋭意検討した結果、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法に関し、従来から化学強化に用いられている硝酸カリウムあるいは硝酸カリウムと硝酸ナトリウムの混合塩等の強化塩浴にカリウムイオンよりも小さくナトリウムイオンよりも大きなイオン半径を持つ金属の硝酸塩を添加して、従来と同様の強化処理を施すことによりガラス基板の化学強化処理と脱アルカリ処理が同時に行われることにより、上記の課題が達成されることを見出し、本発明を完成させた。

【0008】即ち、本発明の情報記録媒体用ガラス基板は、未強化のガラス基板を化学強化用の塩浴に所定温度

で所定時間浸漬することで、ガラス基板に化学強化層の導入と、脱アルカリと同じ処理槽内で1度の処理で行う新たな情報記録媒体用ガラス基板の作成方法である。

## 【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。【0010】本発明者は、特に情報記録媒体用ガラス基板の強化処理と脱アルカリ処理に着目し、ガラス基板の化学強化処理において、従来からの強化塩に更に金属の硝酸塩を添加することにより、ガラス基板の化学強化処理と脱アルカリ処理と同じ処理槽内で1度の処理で行うことを特徴とし、強化用塩浴の重量に対して数重量%の金属の硝酸塩を添加することにより、連続的に化学強化処理と脱アルカリ処理を同時に行うことが可能であることを見出し、本発明をなし得たものである。

【0011】情報記録媒体用ガラス基板の化学強化処理では、ガラス表面のアルカリイオン交換をガラス転移点以下の温度で行ない、1段階強化の場合はガラス中のナトリウムイオンと強化塩浴中のカリウムイオンの交換、2段階強化の場合はガラス中のリチウムイオンおよびナトリウムイオンと強化塩浴中のナトリウムイオンおよびカリウムイオンの交換が行われている。この場合のアルカリ金属イオンの熱拡散スピードは各イオンのイオン半径に反比例している。一般的に、イオン半径の小さなイオンの方が同温度、同圧、同濃度下では、ポテンシャルエネルギーが高く、活性が高いと言える。そのため、交換イオンのイオン半径の中間のイオン半径を持つ金属の硝酸塩を化学強化塩浴中に添加することにより、ガラス中のイオン半径の小さなアルカリイオンは、熱拡散によりガラス表面から塩浴中に放出され、更に塩浴中の大きなイオン半径を持つアルカリイオンのガラス表面への急激なイオン交換を抑制する。つまり、ガラス強化後に遊離しやすい小さなイオン半径を持つアルカリ金属量を減少させ、同時にイオン交換による化学強化処理が可能となる。即ち、ガラス表面のイオン交換による強化処理と脱アルカリ処理とを同時に行うことを可能にして、生産性アップとコストダウンを可能にした強化塩浴と、その

強化塩浴を用いた情報記録媒体用ガラス基板の製造法、\*

表1. 処理温度と時間の変化による強化層厚みの変化

単位:  $\mu\text{m}$  (片面)

処理時間	処理時間			
	40分	80分	160分	240分
360°C	30	30	40	40
380°C	40	50	60	60
400°C	70	90	100	100
450°C	80	90	110	110

表1に示したように、本発明を利用することでガラス表面に強化層(圧縮応力層)が導入できることが分かり、ハンドリング時のディスク破損や、その後の研磨工程などにおける破損を大幅に軽減できる。

【0016】そして、表1で示した各サンプルの内、380°C、40分処理したサンプルについて耐水性試験を※50

※行い、ガラスから溶出したアルカリ金属(Na、Li、K)濃度の測定を原子吸光分析装置にて測定した。なお耐水性試験は、ガラス基板を50mlの蒸留水で満たしたテフロン(登録商標)ビーカー中に浸漬し、そのガラス基板の入ったテフロンビーカーを80°Cに保った恒温水槽に移し、80°Cの温水中に24時間保持してガラス

\* またその方法で製造される情報記録媒体用ガラス基板に関するものである。

【0012】また本発明を適用することにより、情報記録媒体用ガラス基板の生産性向上とコストダウン化を図ることができる。ガラス材料としては特に限定するものではなく、化学強化処理で強化層を形成することのできるものとして、例えばアルミニシリケート系ガラス、ソーダライムガラス、ホウケイ酸ガラス、アルミニホウケイ酸ガラス等を用いることができる。また、強化処理を行う前のガラス基板の表面粗さも限定はない。

【0013】ただし、被強化ガラスのガラス転移点以下の温度における化学強化処理が可能であること、またその温度において添加する金属の硝酸塩が強化塩浴中に溶解することが必要である。また、この添加する硝酸塩金属の塩浴中のイオン半径がガラス中のアルカリ金属と塩浴中金属の各イオン状態におけるイオン半径の中間内にあることが好ましく、それより大きくなても支障はない。なお、金属の硝酸塩を強化塩浴中に添加する量は、0.1重量%以下では脱アルカリ効果が不十分であり、1.0重量%以上は脱アルカリ量が大きくなり、またガラスが銀イオンにより黄色に着色し、コストアップでもあり好ましくない。

## 【0014】

【実施例】(実施例1)硝酸ナトリウムを30部、硝酸カリウムを70部の混合塩浴中に硝酸銀を1部添加した塩浴を化学強化塩浴とした。被強化用ガラス基板材料として、表面粗さRaが0.3μm、直徑が95mmφ、厚み1.07mmのディスク形状をしたアルミニシリケートガラスを用い、該ガラス基板材料を360°C~450°Cの範囲に保たれた化学強化塩浴中に40分~6時間浸漬後、化学強化塩浴槽から取りだし、冷却後該ガラス基板に付着している析出塩を水で洗い落とした。これを強化サンプルとした。ガラス表面に形成された化学強化層の深さについて、このサンプルを偏光顕微鏡で測定できるように薄片に研磨して、偏光顕微鏡観察を行なった。その結果を表1に示した。

## 【0015】

基板から溶出したアルカリ金属量を原子吸光法で定量分析した。その結果は表2に示す通りであった。

表2. ガラスディスクのアルカリ溶出量

	単位: $\mu\text{g}/\text{cm}^2$			
	Na	Li	K	合計
プランク	0. 35	0. 125	0	0. 475
比較例1	0. 315	0. 007	0. 16	0. 482
実施例1	0. 15	0. 007	0. 05	0. 207

・プランクはアルミノシリケートガラスの未強化処理品。

比較例1は硝酸カリウム70部、硝酸ナトリウム30部を混合した強化塩浴で強化処理したアルミノシリケートガラス。

・実施例1は本発明方法で処理したアルミノシリケートガラス。

表2から明らかなように、本発明の方法で製造したガラス基板は、未強化品あるいは通常の化学強化塩浴で強化処理したものと比べ、ガラスからのアルカリ溶出量はそれらの1/2以下に減少しており、耐化学性が非常に向上していることが分かる。

【0018】(実施例2) 次に、硝酸カリウムを100部の混合塩浴中に硝酸銀を1部添加した塩浴を化学強化塩浴とした。実施例1と同じ形状のソーダライムガラスを同様に化学強化処理したサンプルについて、強化層深さとアルカリ溶出量を同方法で測定した。その結果、強

表4. ガラスディスクのアルカリ溶出量

		単位: $\mu\text{g}/\text{cm}^2$		
		処理時間	1時間	4時間
処理時間	400°C	10	25	50
	450°C	10	25	60
	480°C	15	30	70

表3に示したように、本発明はソーダライムガラスでも、実施例1と同様にガラス表面に強化層(圧縮応力層)が導入できることが分かった。

【0020】

・プランクはソーダライムガラスの未強化処理品。

・比較例2は硝酸カリウム100%の強化塩浴で強化処理したソーダライムガラス。

・実施例2は本発明方法で処理したソーダライムガラス。

表4に示したように、本発明の方法で製造したソーダライムガラス基板も、未強化品あるいは通常の化学強化塩浴で強化処理したものと比べ、ガラスからのアルカリ溶出量はそれらの1/2程度に減少しており、耐化学性が

★媒体用ガラス基板の製造方法に従って化学強化処理をして製造されたガラス基板は、ガラス基板表面に強化層の形成とともに耐化学性に優れており、ガラス基板表面からのアルカリマイグレーションを著しく抑制し、ガラス基板上に成膜される情報記録媒体に悪影響を及ぼさないガラス基板を提供できることで、情報記録媒体の信頼性を飛躍的に向上させることができるものである。そして、本発明の製造方法に従えば、化学強化処理工程と脱アルカリ処理工程とが一体化しているため、処理工程の短縮化ができ、情報記録媒体用ガラス基板の生産性の向上に寄与し、よって産業の発展に寄与するところは非常に大あります。

【0021】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の情報記録★